

氏 名	大野 誉洋
学位の種類	博士(工学)
学位記番号	第5526号
学位授与年月日	平成22年3月24日
学位授与の要件	学位規則第4条第2項
学位論文名	すべり摩擦を受けた銅の結晶粒微細化と結晶粒界の形成
論文審査委員	主査教授 橋本 敏 副査教授 元木 信弥 副査教授 佐藤 嘉洋

論文内容の要旨

すべり摩擦を受けた金属表面では一般に結晶粒の微細化が生じる。この結晶粒微細化は材料の表面強化法として応用されてきたが、結晶粒界形成の微視的機構を解明するには至っていない。本研究ではすべり摩擦を受けた銅単結晶の摩擦面直下の組織変化を後方散乱電子回折(EBSD)法と電子チャネリングコントラスト(ECC)法によって詳細に観測し、また形成される結晶粒界の幾何学的構造を解析することにより、摩擦による結晶粒微細化の過程を解明することを目的とする。

第1章は序論であり、摩擦の歴史とその表面層強化への応用例、強ひずみ加工による結晶粒微細化の手法、微細粒組織の観察や解析手法について解説し、ついで本研究の目的を述べた。

第2章ではピンオンディスク型摩擦摩耗試験機を用いて銅多結晶にすべり摩擦を与えた際に形成される微細粒組織の特徴について述べた。微視的組織は摩擦変形の影響の小さい深い位置から順に、直径が数 μm 程度の亜結晶粒からなるセル状組織、深さ方向の大きさが数 μm の長軸状組織、そして摩擦面付近では $1\mu\text{m}$ 以下の等軸状の微細結晶粒組織に分類できることをECC法により明らかにした。

第3章では(001)面を表面に持つ銅単結晶をすべり摩擦した際に形成される微視的組織について述べた。(111)極点図を調査した結果、セル状組織の領域では単結晶の結晶方位を有していたが、長軸状組織の領域では摩擦面に平行かつ摩擦方向に垂直な軸回りに結晶が約 15° 回転し、さらに摩擦面近傍では様々な方向に結晶が配向することを見出した。長軸状組織で見られた小角粒界の形成過程は摩擦面に平行、かつ摩擦方向に垂直な軸回りに結晶が回転する様相はひずみ勾配を調整するためのGeometrically Necessary Dislocation Model(GN転位モデル)によって説明できることを明らかにした。さらにこの回転に伴って形成される小角粒界はGN転位の再配列によることを見出した。

第4章では主として摩擦面近傍に形成された大角粒界について述べた。摩擦面に近づくにつれて大角粒界の占める割合が増加し、(001)単結晶を[100]方向にすべり摩擦した場合には、摩擦方向に垂直な[010]軸回りの回転によって形成される比較的方位差の小さな $\Sigma 13\text{a}$ 、 $\Sigma 25\text{a}$ の対応粒界の比率が高いことを見出した。

第5章では前章で得られた結論を検証するため、摩擦方向に垂直な回転軸が[110]軸および[111]軸となるような単結晶の摩擦実験を行い、これらの軸を回転軸とした特定の対応粒界の頻度が極めて高いことを見出した。一方、摩擦面直下の微細結晶粒組織には再結晶組織に特有の $\Sigma 3$ や $\Sigma 9$ の対応粒界の比率が比較的多く、微細結晶粒の一部は再結晶により形成された可能性が高いことを示唆した。

以上の結果から、摩擦面から深さ方向に離れた位置に形成された多くの小角粒界および大角粒界の一部は、摩擦面に平行かつ摩擦方向に垂直な方向を回転軸とする小角粒界および比較的小さな回転角の対応粒界によって占められるが、摩擦面直下においては様々な方向に結晶が配向し、その一部は再結晶によって形成されたと結論付けた。

第6章は結論であり、第2章から第5章により得られた結果をまとめた。

論文審査の結果の要旨

すべり摩擦を受けた金属表面に生じる結晶粒微細化の態様は、摩擦係数や摩耗量などの摩擦特性を左右することから、摩擦に伴う微視的組織変化の系統的研究が望まれている。摩擦により発達する組織の直接観察は、従来から透過電子顕微鏡観察に頼っていたが、報告されている観察は技術的制約から狭い範囲に限定され、基板の結晶回転と粒界形成機構および結晶粒微細化に関しては不明な点が多い。

本研究は結晶学的方位を制御した銅の単結晶を用いることにより摩擦現象を単純化し、走査型電子顕微鏡による後方散乱電子回折法や電子チャネリングコントラスト (ECC) 法を駆使して、基板内部から摩擦面に向かって変化する結晶の回転や形成される結晶粒界の幾何学的構造を広範囲にわたって詳細に解析することにより、結晶粒界の形成機構と結晶粒微細化の過程を解明することを目的としている。すべり摩擦によって形成された組織は、摩擦変形の影響の小さい深い位置から順に直径が数 μm 程度のセル状組織、数 μm の長軸状組織、そして摩擦面付近では $1\mu\text{m}$ 以下の等軸状の微細結晶粒組織に分類できることを ECC 法により明らかにしている。これらの組織の(111)極点図を調査した結果、最深部のセル状組織の方位は基板単結晶方位から変化しないこと、そして、長軸状組織では摩擦面に平行で、かつ摩擦方向に垂直な軸回りに結晶が回転し、次に、摩擦面近傍では様々な方向に結晶が配向することを見出している。長軸状組織が見られる領域では、摩擦面に平行なおおよそ 15° 以下の方位差を有する小角粒界が形成されることを明らかにしている。この領域では、摩擦方向に垂直な軸まわりにのみ回転角勾配が大きいものの、小角粒界が発生した周辺ではその回転勾配が減少したことから、導入された転位が平面上に再配列することによって小角粒界が形成されるものと結論づけている。さらに摩擦面に近づくにつれて、大角粒界の形成が顕著となり、(001)単結晶を[100]方向にすべり摩擦した場合には $\Sigma 13a$ および $\Sigma 25a$ 対応粒界の占める比率が極めて高いことを明らかにしている。これらの粒界は幾何学的に[010]軸まわりの比較的小さな回転によって形成されるものであり、近年、粒界構造とその物性研究で明らかにされている構造的に安定で粒界エネルギーの低い粒界と一致することを見出している。摩擦方向に垂直な回転軸が [110]および[111]として実験した結晶においても、このような特殊な対応粒界の形成頻度が高いことを見出している。これらの結果は、摩擦によって粒界構造を制御できる可能性を示している。一方、微細結晶粒組織の領域には再結晶組織に特有の双晶境界である $\Sigma 3$ やこれに起因する $\Sigma 9$ 対応粒界が多く観察されたことから、この領域の微細結晶粒の一部は動的な再結晶により形成された可能性が高いことを述べている。

本論文はすべり摩擦を受けた銅の結晶粒界の形成と結晶粒微細化について、結晶回転と転位の関係および小角粒界の生成、そして大角粒界の形成機構と形成される粒界の構造と種類を明らかにし、とりわけ、構造的に安定で粒界エネルギーの低い対応粒界を摩擦によって形成出来る可能性を示した初めての研究であり、トライボロジーの学理の発展と、その応用に大いに寄与するものである。よって本論文の著者は博士（工学）の学位を授与されるに値すると認める。